ICS 77.150

H60

|  |
| --- |
|       |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|       |

氧化亚锡

Stannous Oxide

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
| （在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）      |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：云南锡业股份有限公司、云南锡业锡化工材料有限责任公司、云南锡业矿冶检测中心、北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、福建紫金矿业测试技术有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、广西华锡集团股份有限公司、清远佳致新材料研究有限公司。

本文件主要起草人：丁锡波 苏爱萍 汤粉兰 王梅 高春霞 汪莹 王博 徐佳。

本文件为首次发布。

氧化亚锡

1 范围

 本文件规定了氧化亚锡的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于金属锡或相应锡盐为原料生产的氧化亚锡，用于催化剂、还原剂、玻璃工业、电镀锡、亚锡盐的制备。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6678（所有部分） 化工产品采样总则

GB/T 6679（所有部分） 固体化工产品采样通则

GB/T 8170（所有部分） 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23834.4 硫酸亚锡化学分析方法 铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 23834.6 硫酸亚锡化学分析方法 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 化学成分

 氧化亚锡的化学成分应符合表1的规定。

表１ 氧化亚锡的化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 化学成分 | 质量分数(%) |
| 氧化亚锡 |  ≥98.00 |
|  | 盐酸不溶物 | ≤0.02 |
|  | 氯化物（以Cl-计） | ≤0.03 |
|  | 硫酸盐（以SO42-计） | ≤0.02 |
|  | 铅 | ≤0.01 |
|  | 铜 | ≤0.002 |
|  | 铁 | ≤0.01 |
|  | 需方如对氧化亚锡的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。 |

4.2 外观质量

 氧化亚锡外观为蓝黑色有金属光泽的结晶粉末。

5 试验方法

5.1 氧化亚锡含量的测定

氧化亚锡含量的分析方法按附录A的规定进行。

5.2 盐酸不溶物含量的测定

盐酸不溶物含量的分析方法按附录B的规定进行。

5.3 氯化物含量的测定

氯化物含量的分析方法按附录C的规定进行。

5.4 硫酸盐含量的测定

硫酸盐含量的分析方法按附录D的规定进行。

5.5 铅、铜含量的测定

 铅、铜含量的分析方法按GB/T 23834.4硫酸亚锡化学分析方法 铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法中的规定进行。

5.6 铁含量的测定

铁含量的分析方法按GB/T 23834.6硫酸亚锡化学分析方法 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法中的规定进行。

5.7 外观质量

采用目视法检查。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 氧化亚锡应由供方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单（或合同）的规定，并填写产品质量证明书。

6.1.2 需方可对收到的氧化亚锡按本文件的规定进行检验，如检验结果与本文件及订货单（或合同）的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起七日内提出；属于其他性能的异议，应在收到产品之日起十五日内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

6.2 组批

氧化亚锡应成批提交检验，每批应由同一化学成分组成。每批产品重量不超过5吨。

6.3 检验项目

按4.1、4.2条的规定，对每批氧化亚锡的化学成分、外观进行检测。

6.4 采样和制样

6.4.1 氧化亚锡的采样和制样应符合表2的规定。

表2 氧化亚锡的采样和制样

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 采样和制样方法 | 要求的章条号 | 试验方法的章条号 |
| 化学成份 | 6.4.2 | 4.1 | 5.1～5.6 |
| 外观质量 | 逐件 | 4.2 | 5.7 |

6.4.2 仲裁采样和制样

6.4.2.1 采样数的确定

氧化亚锡的采样数按GB/T 6678（所有部分）中的规定，并符合表3的规定。

表3 氧化亚锡的采样数

|  |  |
| --- | --- |
| 供货批数量（桶） | 抽取数量（桶） |
| 1～10 | 全数采样 |
| 11～49 | 11 |
| 50～64 | 12 |
| 65～81 | 13 |
| 82～101 | 14 |
| 102～125 | 15 |
| 126～151 | 16 |
| 152～181 | 17 |
| 182～216 | 18 |

6.4.2.2 采样方法

按GB/T 6679（所有部分）的规定执行，用不锈钢采样管垂直插入桶内产品的3/4处，呈梅花状布点抽采样品。

6.4.2.3 试料的制备

将所采样品迅速充分混匀，按四分法缩分为3份，每份约200 g，供需双方各一份，仲裁样一份。每份样品必须立即装入洁净、干燥的密封容器中，贴上标签。标签需注明生产单位、产品名称、产品批号、分析元素、采样日期等，同时在样品容器的封口处粘贴封条，封条须供需双方签章。

6.5 检验结果的判定

6.5.1 检验结果的数值按GB/T 8170（所有部分）的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

6.5.2 化学成分的检验结果若有一项不符合本文件4.1及订货单（或合同）规定时，应从该批产品中按6.4.2.1规定的采样数，再取双倍的试料量进行不合格项目的重复试验，重复试验结果仍不符合本文件4.1规定，则判该批不合格。

6.5.3 外观质量不符合本文件规定时，则按桶判为不合格。

6.5.4 化学成分仲裁分析结果与本文件及订货单（或合同）规定不符时，按批判不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

7.1 标志

氧化亚锡包装物上应标明：

a) 生产企业名称、地址、商标、联系电话；

b) 产品名称；

c) 批号；

d) 净重；

e) 生产日期和保质期；

f) 本文件编号；

g）安全防护标识。

7.2 包装、运输和贮存

7.2.1 氧化亚锡内衬塑料袋真空密封，外用塑料桶包装，净重25 kg/桶。需方对产品包装有特殊要求时，由供需双方商定。

7.2.2 氧化亚锡运输途中应防止日晒、潮湿和雨淋、小心轻放。

7.2.3 氧化亚锡贮存于干燥、通风和避免光照射的库房内。

7.2.4 氧化亚锡在符合本文件包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期6个月。

7.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外还宜包括产品质量证明书，其上注明：

a）供方名称、商标、地址、电话、传真；

b）产品名称；

c）批号；

d）净重和件数；

e）各项分析检验结果和质量技术监督部门印记；

f）本文件编号；

g）生产日期。

8 订货单（或合同）内容

 本文件所列产品的订货单（或合同）内应包括下列内容：

a) 产品名称；

b) 杂质含量等特殊要求及包装；

c) 净重和件数；

d）本文件编号；

e）其他。

# 附录A （规范性附录）氧化亚锡中氧化亚锡含量的测定 碘酸钾滴定法

A.1 范围

本部分规定了氧化亚锡中氧化亚锡含量的测定方法。

本部分适用于氧化亚锡中氧化亚锡含量的测定。测定范围为90.00%～99.00%。

A.2 方法提要

将试料移入经还原铁粉、金属铝处理后的稀盐酸中，溶解完全后，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点，测得氧化亚锡的质量分数。

A.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.3.1 还原铁粉。

A.3.2 金属铝：*w*Al≥99.9%、*w*Sn＜0.001%，每块约0.5～1.0 g。

A.3.3 盐酸（1+1）。

A.3.4 饱和碳酸氢钠溶液：用煮沸后冷却的蒸馏水配制。

A.3.5 碘酸钾标准滴定溶液[*c*（1/6KIO3）=0.05 mol/L] 。

a）配制：称取1.8 g碘酸钾、9 g碘化钾、1.2 g碳酸钠，置于500 mL烧杯中，加入200 mL水，加热至完全溶解，用玻璃棉将溶液过滤于1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

b）标定：称取三份0.10 g金属锡(*w*Sn≥99.99%)，精确至0.0001 g，置于300 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉（A.3.1），80 mL盐酸（A.3.3），20 mL水，连接于还原台上，根据还原装置图（图A.1）中，用橡皮塞塞紧试液瓶口，低温加热至溶解完全，取下，稍冷。加入约1～1.5 g金属铝（A.3.2），充分摇动锥形瓶，待剧烈反应过后剩余少量铝时，加热煮沸至大气泡产生，在二氧化碳气体保护下，将锥形瓶置于流水中冷却至室温。取下锥形瓶的橡皮塞，用另一干净的橡皮塞塞紧试液瓶口。以下按A.5.4.3条进行，随同做空白试验。

 注：采用盖氏漏斗作还原装置时， b）改为“标定：称取三份0.10 g金属锡(≥99.99%)，精确至0.0001 g，置于500 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉（A.3.1），80 mL盐酸（A.3.3），20 mL水，低温加热至溶解完全，取下，于流水中稍冷，加入1g～1.5 g金属铝（A.3.2），用连接盖氏漏斗橡皮塞塞紧瓶口，在盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液（A.3.4）至1/2体积处，充分摇动，待反应至剩余少量铝时，低温加热煮沸至大气泡产生，置于流水中冷却至室温。取下锥形瓶上的盖氏漏斗，用另一干净的橡皮塞塞紧试液瓶口。以下按A.5.4.3条进行，随同做空白试验。”

按公式（A.1）计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度：

*c*=$\frac{m×w}{59.355×\left(V\_{1}-V\_{2}\right)×10^{-3}}$ ………………………………(A.1)

式中：

*c*——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*——称取金属锡的质量，单位为克（g）；

*w*——金属锡中锡的质量分数；

59.355——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*V*1——标定时，滴定金属锡所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——标定时，滴定空白溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定四份，其极差值不大于1×10-4 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

A.3.6 淀粉溶液(5 g/L)。

A.3.6.1 称取2.5 g可溶性淀粉，置于50 mL烧杯中，称取1 g氢氧化钠置于盛有约50 mL水的300 mL烧杯中，摇动溶解后，立即用少量水将可溶性淀粉移入氢氧化钠溶液中，摇动至试液清亮，以水稀释至500 mL，混匀。

A.3.6.2 取50 mL淀粉溶液(A.3.6.1)，置于250 mL烧杯中，加入3 g碘化钾，摇动至溶解(用时现配)。

A.4 还原装置

说明：

1－橡皮塞；

2、3－玻璃管；

4－橡皮管；

5－500 mL锥形瓶

图A.1 还原装置图

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

试料需密封包装。

A.5.2 平行试验

平行做两份试验。

A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.4 测定

A.5.4.1 在300 mL锥形瓶中加入1.5 g还原铁粉（A.3.1）、100 mL盐酸（A.3.3）。连接于还原台上，根据还原装置图（图A.1）中，用橡皮塞塞紧试液瓶口，低温加热至铁粉溶解完全，取下，稍冷。

A.5.4.2 通入二氧化碳气15 s，加入1～1.5 g金属铝（A.3.2），充分摇动锥形瓶，待剧烈反应过后剩余少量铝时，加热煮沸至大气泡产生，在二氧化碳气保护下，趁热将盛有0.12g试料（精确至0.0001 g）的坩埚投入还原好的试液中，并摇动使试料溶解完全，将锥形瓶置于流水中冷却至室温。取下锥形瓶的橡皮塞，用另一干净的橡皮塞塞紧试液瓶口。

 注:采用盖氏漏斗作还原装置时，A.5.4.1、A.5.4.2改为“在500 mL锥形瓶中加入1.5 g还原铁粉（A.3.1）、100 mL盐酸（A.3.3），低温加热至铁粉溶解完全，取下，用连接盖氏漏斗橡皮塞塞紧瓶口，于盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液（A.3.4）至1/2体积处，待盖氏漏斗中的饱和碳酸氢钠溶液（A.3.4）滴入锥形瓶中15s后，取下盖氏漏斗，加入1.5 g金属铝（A.3.2），连接盖氏漏斗橡皮塞塞紧瓶口，充分摇动，待剧烈反应过后剩余少量铝时，加热煮沸至大气泡产生，在二氧化碳气体保护下，趁热将盛有0.12 g试料（精确至0.0001 g）的坩埚投入还原好的试液中，并摇动使试料溶解完全，低温加热煮沸至大气泡产生，置于流水中冷却至室温。取下锥形瓶上的盖氏漏斗，用另一干净的橡皮塞塞紧试液瓶口。”

A.5.4.3 取下锥形瓶的橡皮塞。立即于试液中加入5 mL淀粉溶液(A.3.6.1)，空白试液中加入5 mL淀粉溶液(A.3.6.2)，用碘酸钾标准滴定溶液滴定至试液呈浅蓝色为终点。

A.6 试验数据处理

氧化亚锡含量以氧化亚锡的质量分数*w*SnO计，按公式（A.2）计算：

*w*SnO=$\frac{c×\left(V\_{3}-V\_{4}\right)×59.355×1.1348×10^{-3}}{m}×100\%$ ………………(A.2)

式中：

*c*——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

 *V*3——测定时，滴定试料溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——测定时，空白溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

59.355——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

1.1348——锡换算为氧化亚锡的系数；

*m*——试料量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后二位。

A.7 精密度

A.7.1 重复性

精密度数据是在2021年由6个实验室对不同氧化亚锡含量的5个样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的氧化亚锡含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见附录A.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表A.1给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限r，超过重复性限（r）的情况不超过 5%,在测定范围内，重复性限（r）为0.34%。

表A.1 重复性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*SnO/% | 97.45 | 97.56 | 97.82 | 97.96 | 96.64 |
| *r* /% | 0.34  | 0.34  | 0.36  | 0.34  | 0.34  |

A.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表A.2给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不大于再现性限R，超过再现性限（R）的情况不超过 5%。在测定范围内，重复性限（R）为1.00%。

表A.2 再现性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*SnO/% | 97.45 | 97.56 | 97.82 | 97.96 | 96.64 |
| *R* /% | 1.09  | 0.95  | 0.98  | 0.59  | 1.40  |

A.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试验对象；

—— 本文件编号；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察到的异常现象；

—— 试验日期。

# 附录A.1 （规范性附录）氧化亚锡含量测定精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由6个实验室对不同氧化亚锡含量的5个样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的氧化亚锡含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表A.1。

**表A.1 氧化亚锡含量测定精密度试验原始数据**

|  |  |
| --- | --- |
|  | 水平 |
| 1  | 2  | 3  | 4  | 5  |
| 1  | 97.30  | 97.36  | 97.58  | 97.72  | 96.05  |
| 97.29  | 97.42  | 97.54  | 97.87  | 96.22  |
| 97.20  | 97.35  | 97.68  | 97.74  | 96.05  |
| 97.11  | 97.29  | 97.49  | 97.81  | 96.21  |
| 97.18  | 97.25  | 97.54  | 97.83  | 96.16  |
| 97.25  | 97.41  | 97.67  | 97.91  | 96.17  |
| 97.09  | 97.28  | 97.72  | 97.81  | 96.14  |
| 97.15  | 97.43  | 97.59  | 97.78  | 96.11  |
| 97.13  | 97.23  | 97.62  | 97.85  | 96.19  |
| 97.23  | 97.33  | 97.55  | 97.90  | 96.09  |
| 97.16  | 97.39  | 97.56  | 97.87  | 96.15  |
| 2  | 97.94  | 97.60  | 98.24  | 98.29  | 96.78  |
| 97.87  | 97.82  | 98.50  | 98.34  | 96.70  |
| 97.99  | 97.77  | 98.20  | 97.91  | 96.49  |
| 97.95  | 97.78  | 98.38 \* | 97.97  | 96.66  |
| 97.68  | 97.61  | 98.31  | 98.16  | 96.60  |
| 97.93  | 97.87  | 98.05  | 98.09  | 96.53  |
| 97.86  | 97.58  | 98.36  | 98.07  | 96.89  |
| 97.65  | 97.60  | 98.09  | 98.10  | 96.91  |
| 97.85  | 97.55  | 98.37  | 98.01  | 96.88  |
| 97.80  | 97.82  | 98.48 \* | 97.95  | 96.58  |
| 97.74  | 97.76  | 98.31  | 97.99  | 96.89  |
| 3  | 97.34  | 97.62  | 97.88  | 98.12  | 96.31  |
| 97.40  | 97.74  | 97.99  | 97.76  | 96.57  |
| 97.50  | 97.51  | 97.77  | 98.05  | 96.64  |
| 97.34  | 97.82  | 97.75  | 98.07  | 96.66  |
| 97.38  | 97.51  | 97.62  | 97.84  | 96.38  |
| 97.27  | 97.58  | 97.43  | 98.13  | 96.45  |
| 97.36  | 97.34  | 97.74  | 98.13  | 96.44  |
| 97.15  | 97.30  | 97.32  | 98.04  | 96.60  |
| 97.09  | 97.43  | 97.59  | 97.85  | 96.27  |
| 97.29  | 97.37  | 97.52  | 97.89  | 96.62  |
| 97.55  | 97.74  | 97.35  | 98.06  | 96.38  |
| 4  | 97.87  | 98.21  | 98.32  | 98.22  | 97.05  |
| 98.15  | 98.15  | 98.07  | 98.35  | 97.04  |
| 97.83  | 97.97  | 98.01  | 98.30  | 96.95  |
| 97.82  | 98.09  | 98.07  | 98.42  | 97.04  |
| 97.75  | 98.02  | 98.25  | 98.24  | 97.07  |
| 98.16  | 98.01  | 98.17  | 98.36  | 97.16  |
| 97.98  | 98.06  | 98.08  | 97.96  | 97.04  |
| 98.10  | 98.14  | 98.20  | 98.17  | 97.20  |
| 97.95  | 98.17  | 97.99  | 98.29  | 96.79  |
| 97.92  | 98.02  | 98.14  | 97.98  | 96.80  |
| 98.17  | 98.10  | 98.19  | 98.20  | 97.05  |
| 5  | 97.10  | 97.39  | 97.74  | 97.79  | 96.30  |
| 97.15  | 97.46  | 97.56  | 97.84  | 96.13  |
| 97.15  | 97.60  | 97.67  | 97.85  | 96.25  |
| 97.26  | 97.51  | 97.70  | 97.79  | 96.18  |
| 97.26  | 97.51  | 97.62  | 97.83  | 96.21  |
| 97.22  | 97.44  | 97.67  | 97.86  | 96.18  |
| 97.17  | 97.37  | 97.75  | 97.92  | 96.07  |
| 97.23  | 97.44  | 97.65  | 97.95  | 96.07  |
| 97.31  | 97.55  | 97.60  | 97.94  | 96.25  |
| 97.28  | 97.56  | 97.79  | 97.78  | 96.13  |
| 97.33  | 97.56  | 97.63  | 97.98  | 96.23  |
| 6  | 97.30  | 96.99  | 97.72  | 97.56  | 97.41  |
| 96.95  | 97.14  | 97.46  | 97.83  | 97.49  |
| 97.16  | 96.91  | 97.66  | 97.48  | 97.33  |
| 97.22  | 97.32  | 97.58  | 97.75  | 97.41  |
| 96.87  | 96.95  | 97.38  | 97.88  | 97.48  |
| 97.10  | 97.06  | 97.50  | 97.91  | 97.56  |
| 97.08  | 97.28  | 97.48  | 97.69  | 97.28  |
| 97.18  | 97.20  | 97.32  | 97.78  | 97.58  |
| 96.90  | 97.40  | 97.64  | 97.80  | 97.30  |

# 附录B （规范性附录）氧化亚锡中盐酸不溶物含量的测定 重量法

B.1 范围

本部分规定了氧化亚锡中盐酸不溶物含量的测定方法。

本部分适用于氧化亚锡中盐酸不溶物含量的测定。测定范围为0.005%～0.1%。

B.2 方法提要

试料加入盐酸加热溶解，水浴保温，经过滤、洗涤、灼烧后，重量法测定氧化亚锡中的盐酸不溶物。

B.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

B.3.1 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

B.3.2 盐酸（5+95）。

B.3.3 硝酸银溶液（10 g/L）。

B.4 试验步骤

B.4.1 试料

试料需密封包装。

B.4.2 平行试验

平行做两份试验。

B.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B.4.4 测定

B.4.4.1 称取10 g试料，精确至0.01 g，置于250 mL烧杯中，加入50.0 mL盐酸（B.3.1），盖表面皿加热溶解至清亮，加入30 mL水，摇匀，加热煮沸，于沸水浴中保温45 min，用慢速定量滤纸过滤，以盐酸（B.3.2）洗涤烧杯和沉淀共8次，再用热水洗涤沉淀，以硝酸银溶液（B.3.3）检查至无氯离子。

B.4.4.2 将滤纸移入预先经700 ℃下灼烧至恒重的18 mL瓷坩埚中，将瓷坩埚移入高温炉中从室温升起到400 ℃灰化，再升至700 ℃，灼烧30 min。取出冷却1 min～2 min，放入干燥器中冷却至室温，称量至恒重（两次称重差值不大于0.5 mg）。

B.5 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数*w*盐酸不溶物计，按公式（B.1）计算：

*w*盐酸不溶物$=\frac{\left(m\_{1}-m\_{2}\right)-\left(m\_{3}-m\_{4}\right)}{m}×100\%$………………………………（B.1）

式中：

$m$ 1——测定时，瓷坩埚及灼烧残渣的质量，单位为克（g）；

$m$ 2——测定时，瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

$m$ 3——空白试验瓷坩埚及灼烧残渣的质量，单位为克（g）；

$m$ 4——空白试验瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

$m$——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后四位。

B.6 精密度

B.6.1 重复性

精密度数据是在2021年由6个实验室对不同盐酸不溶物含量的6个样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的盐酸不溶物含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见附录B.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表B.1给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限r，超过重复性限（r）的情况不超过 5%,在测定范围内，重复性限（r）为0.0017%。

表A.1 重复性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*盐酸不溶物/% | 0.0065 | 0.0067 | 0.0074 | 0.0077 | 0.0081 | 0.0102 |
| *r* /% | 0.0017  | 0.0020  | 0.0017  | 0.0014  | 0.0014  | 0.0022  |

B.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表B.2给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不大于再现性限R，超过再现性限（R）的情况不超过 5%。在测定范围内，重复性限（R）为0.0021%。

表A.2 再现性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*盐酸不溶物/% | 0.0065 | 0.0067 | 0.0074 | 0.0077 | 0.0081 | 0.0102 |
| *R* /% | 0.0017  | 0.0020  | 0.0017  | 0.0017  | 0.0022  | 0.0031  |

B.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试验对象；

—— 本文件编号；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察到的异常现象；

—— 试验日期。

# 附录B.1 （规范性附录）盐酸不溶物含量测定精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由6个实验室对不同盐酸不溶物含量的6个实验室样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的盐酸不溶物含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表B.1。

**表B.1 盐酸不溶物含量测定精密度试验原始数据**

|  |  |
| --- | --- |
|  | 水平 |
| 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  |
| 1 | 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0110  |
| 2  | 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0060  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0090  |
| 3  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0080  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0090  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0080  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  |
| 4  | 0.0070  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0090  | 0.0080  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0110  |
| 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0090  | 0.0120  |
| 0.0070  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0060  | 0.0060  |  | 0.0090  | 0.0090  | 0.0100  |
| 5  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0080  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0100  |
| 0.0060  | 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0100  |
| 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0110  |
| 0.0070  | 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0090  | 0.0110  |
| 0.0060  | 0.0070  | 0.0070  | 0.0080  | 0.0090  | 0.0110  |
| 6  | 0.0050  | 0.0090 \*\* | 0.0080  | 0.0110  | 0.0080  | 0.0120  |
| 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0120  | 0.0080  | 0.0150  |
| 0.0060  | 0.0090 \*\* | 0.0080  | 0.0110  | 0.0080  | 0.0150  |
| 0.0070  | 0.0090 \*\* | 0.0080  | 0.0120  | 0.0080  | 0.0140  |
| 0.0060  | 0.0090 \*\* | 0.0080  | 0.0130\*\*  | 0.0080  | 0.0140  |
| 0.0050  | 0.0090 \*\* | 0.0080  | 0.0130\*\*  | 0.0080  | 0.0140  |
|  0.0040 \* | 0.0090\*\*  | 0.0080  | 0.0120  | 0.0080  | 0.0150  |
| 0.0060  | 0.0080  | 0.0070  | 0.0120  | 0.0090  | 0.0160 \* |
| 0.0050  | 0.0090 \*\* | 0.0070  | 0.0120  | 0.0090  | 0.0160 \* |
| 0.0050  | 0.0090 \*\* | 0.0070  | 0.0120  | 0.0090  | 0.0160 \* |
| 0.0050  | 0.0090 \*\* | 0.0070  | 0.0130\*\*  | 0.0090  | 0.0150  |

# 附录C （规范性附录）氧化亚锡中氯化物含量的测定 氯化银比浊法

C.1 范围

本部分规定了氧化亚锡中氯化物含量的测定方法。

本部分适用于氧化亚锡中氯化物含量的测定。测定范围为0.005 %～0.1%。

C.2 方法提要

试料用稀硫酸溶解，以氨水沉淀分离亚锡离子，在稀硫酸介质中，加入硝酸银溶液，硝酸银与试料中的氯化物形成氯化银沉淀产生浊度，根据氯化物浓度不同产生的浊度不同，与标准级差比浊溶液比较，测定试料中氯化物的质量分数。

C.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

C.3.1 氨水（ρ=0.90 g/mL）。

C.3.2 硫酸（1+1）。

C.3.3 硫酸（5+95）。

C.3.4 硝酸银溶液（20 g/L）。

C.3.5 氯离子标准贮存溶液：称取0.1650 g氯化钠（基准，经500～600 ℃灼烧并在干燥器中冷却），置于100 mL烧杯中，加水溶解完全，以水移入1000 mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含0.1  mg氯离子（Cl-）。

C.3.6 氯离子标准溶液：移取25.00 mL氯离子标准贮存溶液于250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 µg氯离子（Cl-）。

C.4 试验步骤

C.4.1 试料

试料需密封保存。按表C.1称取试料，精确至0.0001 g。

表C.1 试料量、试液总体积及分取试液体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氯化物的质量分数 /% | 试料量 /g | 试液总体积 /mL | 分取试液体积 /mL |
| 0.0050～0.020 | 1.0 | 100.0 | 20.00 |
| ＞0.020～0.040 | 1.0 | 100.0 | 10.00 |
| ＞0.040～0.10 | 1.0 | 100.0 | 5.00 |

C.4.2 平行试验

平行做两份试验。

C.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

C.4.4 测定

C.4.4.1 将试料（C.4.1）置于200 mL烧杯中，加入30 mL硫酸（C.3.3），摇动烧杯至试料溶解完全。

C.4.4.2 不断摇动下，缓慢加入6 mL氨水（C.3.1），使溶液pH在8~9之间。用水移入100 mL容量瓶中，并稀释到刻度，混匀，用双层慢速定量滤纸干过滤于100 mL烧杯中，弃去最初的10 mL滤液。C.4.4.3 按表C.1移取适量滤液于25 mL比色管中，吹水至约20  mL刻度，加入2 mL硫酸溶液（C.3.2），混匀，加入2 mL硝酸银溶液（C.3.4），以水稀释至刻度，混匀。

C.4.4.4 立即与标准级差比浊溶液进行比较（标准级差比浊溶液制备与试料操作同时进行）。

C.4.5 标准级差比浊溶液的制备

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL氯离子标准溶液（C.3.6）于一组25 mL比色管中，加入2 mL硫酸溶液(C.3.2)混匀，加入2 mL 硝酸银溶液（C.3.4），以水稀释至刻度，混匀。与样品分析同时进行。

C.5 试验数据处理

氯化物含量以质量分数$w\_{Cl^{-}}$计，按公式（C.1）计算：

$w\_{Cl^{-}}$ = $\frac{（m \_{1}-m \_{0}）×V ×10^{-6}}{m ×V \_{1}}×100\%$ ……………………（C.1）

式中：

*m*1 ——与标准级差比浊溶液比较得出的试料溶液中氯化物量，单位为微克（µg）；

 *m*0 ——与标准级差比浊溶液比较得出的空白试验溶液中氯化物量，单位为微克（µg）；

*V* —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m* —— 试料的质量，单位为克（g）；

*V*1—— 分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后三位；若氯化物含量小于0.010%时，表示至小数点后四位。

C.6 精密度

C.6.1 重复性

精密度数据是在2021年由3个实验室对不同氯化物含量的6个样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的氯化物含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见附录C.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表C.1给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限r，超过重复性限（r）的情况不超过 5%,在测定范围内，重复性限（r）为0.0014%。

表C.1 重复性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{Cl^{-}}$/% | 0.0240  | 0.0127  | 0.0125  | 0.0246  | 0.0148  | 0.0152  |
| *r* /% | 0.0025  | 0.0011  | 0.0003  | 0.0028  | 0.0006  | 0.0008  |

C.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表C.2给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不大于再现性限R，超过再现性限（R）的情况不超过 5%。在测定范围内，重复性限（R）为0.0021%。

表C.2 再现性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{Cl^{-}}$/% | 0.0240  | 0.0127  | 0.0125  | 0.0246  | 0.0148  | 0.0152  |
| *R* /% | 0.0045  | 0.0020  | 0.0003  | 0.0028  | 0.0006  | 0.0028  |

C.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试验对象；

—— 本文件编号；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察到的异常现象；

—— 试验日期。

# 附录C.1 （规范性附录）氯化物含量测定精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由3个实验室对不同氯化物含量的6个样品进行共同试验确定的。每个实验室对6个水平的氯化物含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表C.1。

**表C.1 氯化物含量测定精密度试验原始数据**

|  |  |
| --- | --- |
|  | 水平 |
| 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  |
| 1  | 0.0248  | 0.0119  | 0.0125  | 0.0236  | 0.0148  | 0.0150  |
| 0.0247  | 0.0121  | 0.0123  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0150  |
| 0.0237  | 0.0123  | 0.0123  | 0.0240  | 0.0148  | 0.0148  |
| 0.0250  | 0.0125  | 0.0125  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0148  |
| 0.0250  | 0.0124  | 0.0123  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0149  |
| 0.0247  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0249  | 0.0148  | 0.0150  |
| 0.0247  | 0.0125  | 0.0125  | 0.0250  | 0.0147  | 0.0150  |
| 0.0248  | 0.0124  | 0.0123  | 0.0250  | 0.0147  | 0.0148  |
| 0.0250  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0150  |
| 0.0250  | 0.0125  | 0.0125  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0150  |
| 0.0247  | 0.0124  | 0.0125  | 0.0249  | 0.0147  | 0.0148  |
| 2  | 0.0204  | 0.0142  | 0.0125  | 0.0206  | 0.0154  | 0.0190 \* |
| 0.0232  | 0.0132  | 0.0125  | 0.0223  | 0.0154  | 0.0186  |
| 0.0242  | 0.0142  | 0.0125  | 0.0242  | 0.0136  | 0.0172  |
| 0.0256  | 0.0123  | 0.0125  | 0.0232  | 0.0132  | 0.0156  |
| 0.0235  | 0.0126  | 0.0125  | 0.0251  | 0.0142  | 0.0169  |
| 0.0245  | 0.0124  | 0.0125  | 0.0249  | 0.0138  | 0.0178  |
| 0.0201  | 0.0132  | 0.0125  | 0.0253  | 0.0142  | 0.0182  |
| 0.0232  | 0.0136  | 0.0125  | 0.0242  | 0.0165 \* | 0.0183  |
| 0.0221  | 0.0126  | 0.0125  | 0.0251  | 0.0151  | 0.0179  |
| 0.0213  | 0.0131  | 0.0125  | 0.0256  | 0.0143  | 0.0183  |
| 0.0216  | 0.0142  | 0.0125  | 0.0257  | 0.0149  | 0.0182  |
| 3  | 0.0248  | 0.0125  | 0.0128  | 0.0250  | 0.0150  | 0.0150  |
| 0.0242  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0250  | 0.0150  | 0.0150  |
| 0.0250  | 0.0123  | 0.0126  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0148  |
| 0.0250  | 0.0125  | 0.0123  | 0.0247  | 0.0148  | 0.0149  |
| 0.0247  | 0.0125  | 0.0125  | 0.0248  | 0.0147  | 0.0150  |
| 0.0250  | 0.0125  | 0.0125  | 0.0248  | 0.0147  | 0.0150  |
| 0.0248  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0250  | 0.0148  | 0.0147  |
| 0.0248  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0250  | 0.0148  | 0.0148  |
| 0.0250  | 0.0121  | 0.0126  | 0.0248  | 0.0150  | 0.0148  |
| 0.0247  | 0.0123  | 0.0125  | 0.0248  | 0.0150  | 0.0149  |
| 0.0247  | 0.0124  | 0.0124  | 0.0248  | 0.0148  | 0.0149  |

# 附录D （规范性附录）氧化亚锡中硫酸盐含量的测定 硫酸钡比浊法

D.1 范围

本部分规定了氧化亚锡中硫酸盐含量的测定方法。

本部分适用于氧化亚锡中硫酸盐含量的测定。测定范围为0.005 %～0.080 %。

D.2 方法提要

试料用盐酸溶解，在稀盐酸介质中，以乙醇为悬浮分散剂，加入氯化钡溶液，硫酸根离子和钡离子生成硫酸钡白色沉淀而使试液产生浊度，根据硫酸盐浓度不同产生的浊度不同，与标准级差比浊溶液比较，目视比浊法测定硫酸盐的质量分数。

D.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

D.3.1 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

D.3.2 过氧化氢（30%）。

D.3.3 无水乙醇。

D.3.4 盐酸（1+1）。

D.3.5 氯化钡溶液（250 g/L）：过滤后使用。

D.3.6 硫酸根标准贮存溶液：称取0.1480 g无水硫酸钠（于105～110 ℃干燥至恒重），置于100 mL烧杯中，加水溶解完全，以水移入1000 mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg硫酸根（SO42-）。

D.3.7 硫酸根标准溶液：移取50.00 mL硫酸盐标准贮存溶液于500 mL容量瓶中，以水稀至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 µg 硫酸根（SO42-）。

D.4 试验步骤

D.4.1 试料

试料需密封保存。按表D.1称取试料，精确至0.0001 g。

表D.1 试料量、试液总体积及分取试液体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 硫酸盐的质量分数 /% | 试料量 /g | 试液总体积 /mL | 分取试液体积 /mL |
| 0.0050～0.015 | 1.50 | 50.0 | 10.00 |
| ＞0.015～0.030 | 1.50 | 50.0 | 5.00 |
| ＞0.030～0.080 | 1.50 | 50.0 | 2.00 |

D.4.2 平行试验

平行做两份试验。

D.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

D.4.4 测定

D.4.4.1 将试料（D.4.1）置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（D.3.1），不断摇动至试料溶解完全（难溶试料低温加热溶解）后，滴加1.5mL过氧化氢（D.3.2），低温加热至小气泡消失，取下，冷却。

D.4.4.2 用水移入50 mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀。用双层慢速定量滤纸干过滤于100 mL烧杯中，弃去最初的10 mL滤液。

D.4.4.3 按D.1移取适量滤液于25 mL比色管中，加入5 mL盐酸（D.3.4），混匀，加入5 mL无水乙醇（D.3.3）。不断摇动下加入3 mL氯化钡溶液（D.3.5），用水稀释至刻度，混匀，静置30 min至小气泡消失。

D.4.4.4 立即与标准级差比浊溶液进行比较（标准级差比浊溶液制备与试料操作同时进行）。

D.4.5 标准级差比浊溶液的制备

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL（D.3.7）于一组25 mL比色管中，加入5 mL盐酸溶液(D.3.4)混匀，加入5 mL 无水乙醇（D.3.3），不断摇动下加入3 mL氯化钡溶液（D.3.5），用水稀释至刻度，混匀，静置30 min至小气泡消失。与样品分析同时进行。

D.5 试验数据处理

硫酸盐含量以质量分数$w\_{so\_{4}^{2-}}$计，按公式（D.1）计算：

 $w\_{so\_{4}^{2-}}$ =$\frac{\left(m\_{1}-m\_{0}\right)×V×10^{-6}}{m×V\_{1}}×100\%$ …………………（D.1）

式中：

*m*1 ——与标准级差比浊溶液比较得出的试料溶液中硫酸盐量，单位为微克（µg）；

 *m*0 ——与标准级差比浊溶液比较得出的空白试验溶液中硫酸盐量，单位为微克（µg）；

*V* —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m* —— 试料的质量，单位为克（g）；

*V*1—— 分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后三位；若硫酸盐含量小于0.010%时，表示至小数点后四位。

D.6 精密度

D.6.1 重复性

精密度数据是在2021年由3个实验室对不同硫酸盐含量的6个样品进行共同试验确定的。其中:2个实验室对6个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定11次，1个实验室对5个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定11次、对1个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定6次。测定的原始数据见附录D.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表D.1给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限r，超过重复性限（r）的情况不超过 5%,在测定范围内，重复性限（r）为0.0039%。

表D.1 重复性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{so\_{4}^{2-}}$/% | 0.0726  | 0.0553  | 0.0170  | 0.0168  | 0.0167  | 0.0178  |
| *r* /% | 0.0101  | 0.0045  | 0.0025  | 0.0022  | 0.0020  | 0.0020  |

D.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表D.2给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不大于再现性限R，超过再现性限（R）的情况不超过 5%。在测定范围内，重复性限（R）为0.0068%。

表D.2 再现性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{so\_{4}^{2-}}$/% | 0.0726  | 0.0553  | 0.0170  | 0.0168  | 0.0167  | 0.0178  |
| *R* /% | 0.0171  | 0.0084  | 0.0028  | 0.0022  | 0.0022  | 0.0078  |

D.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试验对象；

—— 本文件编号；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察到的异常现象；

—— 试验日期。

# 附录D.1 （规范性附录）硫酸盐含量测定精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由3个实验室对不同硫酸盐含量的6个样品进行共同试验确定的。其中:2个实验室对6个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定11次，1个实验室对5个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定11次、对1个水平的硫酸盐含量在重复性条件下独立测定6次。测定的原始数据见表D.1。

**表D.1 硫酸盐含量测定精密度试验原始数据**

|  |  |
| --- | --- |
|  | 水平 |
| 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  |
| 1  | 0.0738  | 0.0578  | 0.0167  | 0.0165  | 0.0167  | 0.0167  |
| 0.0749  | 0.0583  | 0.0164  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0833  | 0.0580  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0749  | 0.0578  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0744  | 0.0575  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0162  |
| 0.0822  | 0.0583  | 0.0166  | 0.0167  | 0.0162  | 0.0167  |
| 0.0744  | 0.0579  | 0.0167  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0749  | 0.0583  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0163  | 0.0167  |
| 0.0744  | 0.0582  | 0.0165  | 0.0164  | 0.0167  | 0.0166  |
| 0.0749  | 0.0578  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0167  | 0.0166  |
| 0.0821  | 0.0583  | 0.0166  | 0.0165  | 0.0166  | 0.0163  |
| 2  | 0.0680  | 0.0520  | 0.0200  | 0.0199  | 0.0161  | 0.0197  |
| 0.0670  | 0.0530  | 0.0188  | 0.0186  | 0.0156  | 0.0230  |
| 0.0650  | 0.0524  | 0.0178  | 0.0176  | 0.0190 \* | 0.0213  |
| 0.0670  | 0.0544  | 0.0161  | 0.0163  | 0.0185  | 0.0241 \* |
| 0.0640  | 0.0547  | 0.0156  | 0.0156  | 0.0176  | 0.0225  |
| 0.0590  | 0.0536  | 0.0191  | 0.0168  | 0.0166  | 0.0214  |
| 0.0690  | 0.0521  | 0.0186  | 0.0175  | 0.0167  |  |
| 0.0710  | 0.0514  | 0.0176  | 0.0156  | 0.0187  |  |
| 0.0723  | 0.0507  | 0.0163  | 0.0161  | 0.0176  |  |
| 0.0687  | 0.0543  | 0.0156  | 0.0175  | 0.0166  |  |
| 0.0658  | 0.0537  | 0.0168  | 0.0169  | 0.0156  |  |
| 3  | 0.0750  | 0.0533  | 0.0166  | 0.0167  | 0.0163  | 0.0173  |
| 0.0750  | 0.0564  | 0.0173  | 0.0167  | 0.0162  | 0.0167  |
| 0.0783  | 0.0583  | 0.0173  | 0.0167  | 0.0165  | 0.0173  |
| 0.0749  | 0.0533  | 0.0167  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0173  |
| 0.0782  | 0.0583  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0167  |
| 0.0700  | 0.0550  | 0.0168  | 0.0165  | 0.0167  | 0.0167  |
| 0.0716  | 0.0516  | 0.0166  | 0.0163  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0767  | 0.0583  | 0.0167  | 0.0165  | 0.0167  | 0.0165  |
| 0.0683  | 0.0549  | 0.0165  | 0.0166  | 0.0163  | 0.0165  |
| 0.0766  | 0.0549  | 0.0167  | 0.0166  | 0.0166  | 0.0166  |
| 0.0716  | 0.0516  | 0.0165  | 0.0165  | 0.0166  | 0.0167  |